

DE19842550

Publication Title:

On-line parameter estimation and process monitoring, for simulated moving bed chromatography processes comprises taking two continuous measurements to deduce adsorption- and desorption front locations

Abstract:

Two continuous measurements are made at points of product extraction. Parameters determining physical behavior of the system are determined in real time from the measured data, aided by a mathematical algorithm. Preferred Features: From the measured information, aided by prescribed calculation, concentrations existing within the chromatography columns which cannot be measured, are estimated.

Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>



⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 198 42 550 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
G 01 N 30/42
B 01 D 15/08

⑳ Aktenzeichen: 198 42 550.3
㉔ Anmeldetag: 17. 9. 1998
㉓ Offenlegungstag: 23. 3. 2000

DE 198 42 550 A 1

㉑ Anmelder:
Universität Dortmund, 44227 Dortmund, DE

㉒ Erfinder:
Zimmer, Gerta, Dr., 45468 Mülheim, DE; Dünnebier,
Guido, Dipl.-Ing., 44227 Dortmund, DE; Klatt,
Karsten-Ulrich, Dr., 44227 Dortmund, DE; Engell,
Sebastian, Prof. Dr., 44227 Dortmund, DE

⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
zu ziehende Druckschriften:

US	57 62 806 A
US	54 70 482 A
US	54 70 464 A
US	54 57 260 A
US	54 56 825 A
US	51 56 736 A
US	51 22 275 A
US	51 02 553 A
US	45 99 115
US	44 04 037
US	29 85 589

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Methode zur on-line Parameterschätzung und Prozeßbeobachtung für SMB-Chromatographieprozesse

DE 198 42 550 A 1

Beschreibung

Technischer Hintergrund

5 Im Bereich der chemischen Industrie gelten die sogenannten Life Science Produkte als der erfolgversprechendste Bereich der nächsten Jahre. Da jedoch pharmazeutische Präparate und Feinchemikalien immer komplexeren Anforderungen und strengeren gesetzlichen Auflagen gerecht werden müssen, müssen hier effiziente Verfahren zur schonenden Produkttrennung, wie z. B. chromatographische Trennverfahren, zum Einsatz kommen. Der kontinuierliche Betrieb chromatographischer Trennverfahren mit scheinbarem Feststoffgegenstrom als SMB-Prozeß (Simulated-Moving-Bed, Simulierter Gegenstrom) gewinnt zur Trennung einer Stoffmischung in zwei Fraktionen zunehmend an Bedeutung. Wegen der hohen Produktkosten stellt der wirtschaftliche Betrieb dieser Anlagen hohe Anforderungen an die Prozeßführung und Prozeßüberwachung.

Stand der Technik

15 Der SMB-Prozeß wird durch die Hintereinanderschaltung einer beliebigen Anzahl einzelner Flüssigchromatographiesäulen oder -segmente erreicht, und zwar so, daß sich eine endlose Schleife ergibt. Üblich sind Anordnungen mit 8 bis 24 Säulen oder Segmenten. Edukt- und Lösungsmittelzufuhr sowie Abfuhr der beiden Produkte werden zwischen den Säulen angeordnet und definieren vier verschiedene Zonen des Prozesses, die jeweils zwischen den Zu- und Abläufen liegen. 20 Der scheinbare Gegenstrom wird näherungsweise durch ein periodisches Umschalten der Zu- und Abläufe in Richtung des Fluidstroms realisiert, d. h. nach einer spezifizierten Schaltperiode werden alle Zu- und Abläufe jeweils eine Säule weitergeschaltet. Zone I liegt zwischen der Desorbenszufuhr und der Extraktabfuhr, Zone II zwischen der Extraktabfuhr und der Feedzufuhr, Zone III zwischen Feedzufuhr und Raffinatabfuhr und Zone IV zwischen Raffinatabfuhr und Desorbenszufuhr. Die Zuordnung der Zonen erfolgt aufgrund ihrer Funktionalität und ihrer relativen Lage zu den Zu- und Abläufen. Die Zonen werden nicht bestimmten Chromatographiesäulen zugeordnet, die Funktion der einzelnen Säulen ändert sich mit jeder Schaltperiode. Eine schematische Skizze des Prozesses befindet sich in Abb. 1. Adsorptive Trennverfahren nach diesem Prinzip sind beschrieben in (Broughton et al. 1961), (Rasche, 1992), (Negawa and Shojii, 1995), (Priegnitz, 1995). Detaillierte Beschreibungen der möglichen technischen Ausführungen dieses Prozesses können den voranstehenden Referenzen entnommen werden. Sie dienen außerdem der Dokumentation des Standes der Technik. Eine 30 technische Ausführung des Prozesses in einer einzelnen Säule ist beschrieben in (Schoenrock, 1992), in (Hotier, 1998) wird eine Betriebsweise mit veränderlichen Schaltperioden und konstantem Kreislaufstrom beschrieben. Der SMB-Prozeß zeichnet sich durch eine komplexe, aus regelungstechnischer Sicht schwer zu beherrschende, gemischt kontinuierlich/diskrete Systemdynamik aus. Problematisch sind dabei vor allem der Anfahrvorgang und der stabile Betrieb der Anlagen in der Nähe des wirtschaftlichen Optimums. Die derzeit bekannten Verfahren zur Regelung von SMB-Prozessen beruhen überwiegend auf einer reinen Vorgabe der relevanten Flüssigkeitsströme. In (Masao and Tanimura, 1986) wird eine Methode beschrieben, diese Flüssigkeitsströme innerhalb der Säulen zu regeln. Dieses Verfahren zielt darauf hin, die Flüssigkeitsströme mit Hilfe von Druckmessungen an einem konstanten Sollwert zu halten. Ein ähnliches Verfahren ist in (Cohen et al., 1997) beschrieben. Ein Verfahren mit einem über die Zeit variablen, aber fest vorgegebenem, Sollwert beschreibt (Kearney and Hieb, 1992). Diese Verfahren beruhen allesamt nicht auf der Messung der tatsächlichen 40 Systemzustände und Produktkonzentrationen, sondern benutzen ausschließlich die im voraus berechneten Volumenströme, so daß aufgrund der in der Umgebung des optimalen Betriebspunktes hohen Sensitivität des Prozesses gegenüber Störungen und Parameterschwankungen ein stabiler Betrieb der Anlagen in der Nähe des wirtschaftlichen Optimums nicht immer möglich ist.

Neueste Untersuchungen haben gezeigt, daß für die Regelung des SMB-Prozesses nicht allein die Produktkonzentrationen wesentlich sind, sondern daß auch die Lage und die zeitliche Entwicklung sämtlicher Adsorptions- bzw. Desorptionsfronten für die Prozeßführung von entscheidender Bedeutung sind. Diese Größen sind jedoch nicht direkt meßbar, da entsprechende Konzentrationsmessungen innerhalb der Säulen technisch nicht möglich sind und auch Meßstellen nach jeder einzelnen Säule oft einen unvermeidbaren finanziellen Aufwand bedeuten. Erschwerend kommt hinzu, daß die Prozeßdynamik durch variable, von den Betriebsparametern abhängige Totzeiten bestimmt wird und daß – je nach Position der Konzentrationsplateaus in den Säulen – die Sensitivität der Qualitätsgrößen bezüglich der Einflußgrößen sehr stark variiert. Dies führt unter anderem auch dazu, daß Störungen oft erst nach sehr langer Zeit (mehrere Stunden bis Tage) sichtbare Auswirkungen haben. Bis heute gibt es nur wenige Ansätze, die konventionelle Fahrweise durch eine fortgeschrittene Regelung unter Einbeziehung von Konzentrationsmessungen und Beobachtung der internen Konzentrationsprofile zu verbessern, um so die Prozesse in der Nähe des wirtschaftlichen Optimums zu betreiben. In (Holt, 1995a) ist ein Regelungs- und Meßkonzept für einen SMB Prozess beschrieben, welches in (Holt, 1995b) noch einmal speziell für eine para-xylene Trennung entwickelt wurde. In diesem Verfahren werden aus on-line Messungen der Konzentrationen an zwei Stellen des Kreislaufstromes mit Hilfe eines Algorithmus die Flüssigkeitsströme und Umschaltperioden so bestimmt, daß eine Produkteigenschaft, wie z. B. die Reinheit, einen Sollwert einhält. Im Gegensatz zu der hier beschriebenen Erfindung erfordert dieses Verfahren weitere Meßstellen zur Produktüberwachung und erlaubt auch keine Beobachtung der Konzentrationsprofile in den Säulen. 60

In (Marteau et al., 1994) ist ein Konzept zur Prozeßüberwachung einer Aromatentrennung mittels SMB Chromatographie beschrieben. Die dort vorgeschlagene Meßstellenanordnung enthält vier Meßstellen, wobei zwei im Kreislaufstrom angeordnet sind und jeweils eine die Konzentration des Extrakt- und Raffinatstroms überwacht. Dieses Verfahren benötigt also vier Meßstellen für eine Überwachung des Prozesses und der Produktzusammensetzung. Aus Kostengründen wäre es jedoch vorteilhaft, weniger Meßstellen zu verwenden. 65

Die hier beschriebene Erfindung soll die Nachteile der obigen Ansätze vermeiden. Insbesondere soll sie ermöglichen, mit nur zwei Meßstellen sowohl die Produktqualität on-line zu überwachen als auch den Verlauf des Konzentrationsprofils innerhalb einer Säule verfügbar zu machen. Aus der Kenntnis des Konzentrationsprofils in den Säulen lassen sich

dann vor allem die zur Prozeßführung wesentlichen Positionen der Adsorptions- und Desorptionsfronten ableiten. Auf dieser Grundlage kann z. B. im weiteren ein Regelalgorithmus entwickelt werden, mit dem die geforderten Produkteigenschaften auch im Falle von Störungen und Parameterschwankungen eingehalten werden.

Die hier dargestellte Erfindung bildet zum einen dafür die Grundlage, stellt aber gleichzeitig auch eine Methode dar, mit der das nichtmeßbare Konzentrationsprofil der Anlage zu jeder Zeit überwacht werden kann sowie die relevanten Prozeßparameter on-line ermittelt werden können.

Beschreibung der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Methode zur Parameterschätzung und Prozeßbeobachtung für simulierte Gegenstrom-Chromatographieprozesse. Die Erfindung erlaubt die kontinuierliche Ermittlung der in allen Säulen vorliegenden Konzentrationsprofile aus der kontinuierlichen Messung der Ausflußkonzentration an zwei Stellen des Prozesses.

Die Erfindung ist besonders geeignet zur Prozeßüberwachung von simulierten Gegenstrom-Chromatographieprozessen im Bereich der Zuckertrennung (Rearick et al., 1997) z. B. Aufspaltung von Fructose-Glucose Lösungen, Abtrennung von Sucrose aus Molasse, (Broughton, 1983).

Die Meßeinrichtungen werden direkt in die Leitungen für die beiden Produkte Extrakt und Raffinat installiert und liefern on-line die Konzentrationen der beiden Komponenten. Eine für eine Zuckertrennung taugliche Meßapparatur ist z. B. beschrieben in (Altenhöner et al., 1997).

Bei der Anordnung der Meßstellen mußte berücksichtigt werden, daß die Eigenschaften der Chromatographiesäulen von der Geometrie und Packung der Säulen abhängen, welche aus produktionstechnischen Gründen leichten Schwankungen unterliegen. Im Extremfall hat jede Einzelsäule also voneinander abweichende Eigenschaften. Die Meßstellen wurden deshalb so angeordnet, daß aus den Meßdaten die Systemparameter säulenspezifisch ermitteln können. Aus Kostengründen ist es ein weiteres Anliegen, möglichst wenige Meßstellen zu verwenden. Die hier gewählte Anordnung der Meßstellen hat zusätzlich den Vorteil, daß die im Rahmen der Profil- und Parameterermittlung durchgeführten Messungen gleichzeitig zur Produktüberwachung genutzt werden können.

Der Erfindung liegt zugrunde, daß für eine Vielzahl von Trennungen das physikalische Verhalten der Adsorptionssäule hinreichend genau durch folgende Gleichung beschrieben werden kann:

$$\gamma_i \frac{\partial c_i}{\partial t} + u \frac{\partial c_i}{\partial x} = D_{ap,i} \frac{\partial^2 c_i}{\partial x^2} \quad (i = A, B). \quad (1)$$

Hierbei ist $c_i(x,t)$ die Konzentration der Komponente i am Ort x zur Zeit t und u die Strömungsgeschwindigkeit in den Säulen. Eine Beschreibung dieses Modells, seiner physikalischen Grundlagen und seiner Lösung findet sich in (Dünnebier et al., 1998). γ_i und $D_{ap,i}$ ($i = A, B$) sind vier für das System charakteristische Parameter, welche aus den Meßwerten on-line bestimmt werden müssen.

Parameter- und Profilermittlung

Unter der Voraussetzung, daß die Substanzen A und B bei der Adsorption keine Wechselwirkungen aufeinander ausüben, können die Parameterpaare γ_A und $D_{ap,A}$ sowie γ_B und $D_{ap,B}$ voneinander getrennt ermittelt werden.

Die nachfolgend beschriebene Parameterermittlung ist jeweils säulenspezifisch. Diejenige Säule, deren Parameter bestimmt werden, wird als "relevante Säule" bezeichnet.

Die in Extrakt- bzw. Raffinatstrom gemessene Ausflußkonzentration $c_{i, \text{mess}}(x = L, t)$ bei unbekannten Parametern γ_i und $D_{ap,i}$ ($i = A, B$) wird mit einer numerisch ermittelten Ausflußkonzentration $c_i(x = L, t; \gamma_i, D_{ap,i})$ abgeglichen. In der numerischen Simulation sind die Parameter γ_i und $D_{ap,i}$ bekannt. Der Abgleich erfolgt über diese beiden Parameter durch Optimierung des quadratischen Gütefunktional

$$J(\gamma_i, D_{ap,i}) = \int_{t_1}^{t_2} \left(c_{i, \text{mess}}(t) - c_i(x = L, t; \gamma_i, D_{ap,i}) \right)^2 dt \quad (2)$$

$(i = A, B)$

über einen noch zu spezifizierenden Zeithorizont (t_1, t_2).

$c_i(x = L, t; \gamma_i, D_{ap,i})$ ist die Lösung der partiellen Differentialgleichung (1) mit Rand- und Anfangsbedingungen

$$c_i(x = 0, t; \gamma_i, D_{ap,i}) = c_{e,i}(t) \quad (3)$$

$$c_i(x, t = 0; \gamma_i, D_{ap,i}) = C_{0,i}(x). \quad (4)$$

Mit den bzgl. (2) optimalen Parametern $\gamma_i = \gamma_{i, \text{opt}}$ und $D_{ap,i} = D_{ap,i, \text{opt}}$ gibt $c_i(x, t = 0; \gamma_{i, \text{opt}}, D_{ap,i, \text{opt}})$ das Konzentrationsprofil am Taktbeginn im Inneren der relevanten Säule wieder.

Die Rand- und Anfangsbedingungen (3) und (4) sind nicht bekannt und werden approximiert. Zur Ermittlung der Rand- und Anfangsbedingungen werden die gemessenen Konzentrationen in Extrakt- und Raffinatabzug in zwei aufeinanderfolgenden Takten benötigt. Die Parameter können nach dem zweiten Takt bestimmt werden. Dieser Takt wird deshalb als "aktueller Takt" bezeichnet. Zur Unterscheidung wird der erste Takt, aus dem Meßungen verwendet werden, als "vorangegangener Takt" angesprochen.

L bezeichnet die Säulenlänge und t_e die Taktzeit. Als "Richtung" wird die Fließrichtung des Desorbens gewählt.

Bestimmung von γ_A und $D_{ap,A}$

Die Betriebsparameter der Anlage müssen so gewählt werden, daß (nach einer Anlaufzeit) die Desorptionsfront der Substanz A, die die schwächer adsorbierbare Komponente bezeichnet, den Raffinatentnahmepunkt EX in jedem Takt passiert. Nach der Anlaufphase bildet sich im Bereich des Extraktabzugs in zwei aufeinanderfolgenden Takten die in Abb. 2 gezeigte Konzentrationsverteilung aus.

Zur Bestimmung der Parameter γ_A und $D_{ap,A}$ und des Konzentrationsprofils werden die Auslaufkonzentrationen im Extraktabzug des vorangegangenen und des aktuellen Taktes, $c_{A,mess,alt}(t)$ und $c_{A,mess}(t)$, verwendet.

Approximation der Anfangsbedingung

Im vorangegangenen Takt ist die relevante Säule die erste Säule von Abschnitt II (vgl. Abb. 2a). Die Einlaufkonzentration in diese Säule entspricht der Konzentration im Extraktabzug und ist somit meßbar.

In der zweiten Zone bildet sich im Konzentrationsprofil der Substanz A ein Plateau annähernd konstanter Konzentration aus (Dünnebier et al., 1998). Aus diesem Grund wird das Anfangsprofil als näherungsweise konstant gleich $c_{A,mess,alt}(t=0)$ gewählt.

Zur Approximation des Konzentrationsprofils in der relevanten Säule am Ende des vorangegangenen Taktes, $c_{A,alt}(x, t = te; \gamma_A, D_{ap,A})$, wird die partielle DGL (1) mit Rand- und Anfangswerten

$$\begin{aligned} c_{e,A,alt}(t) & c_{A,mess,alt}(t) \\ c_{0,A,alt}(t) & c_{A,mess,alt}(0) \end{aligned}$$

gelöst.

Nach dem Umtakten ist die relevante Säule die letzte Säule von Abschnitt I (vgl. Abb. 2b). Somit entspricht der Anfangswert im aktuellen Takt

$$c_{0,A}(x) = c_{A,alt}(x, t = te; \gamma_A, D_{ap,A}) \quad (5)$$

Approximation der Randbedingung

Aus grober Kenntnis des ungefähren Profils ist klar, daß die Konzentration der Substanz A in Zone I zu Ende eines jeden Taktes sehr gering ist. Nennenswerte Konzentrationen finden sich nur im Endbereich der letzten Säule. Nach dem Umtakten ist die vormals letzte Säule von Abschnitt I die vorletzte Säule von Abschnitt I (vgl. Abb. 2b und c). Aus diesem Grund wird die nicht meßbare Einlaufkonzentration in die relevante Säule im aktuellen Takt im wesentlichen als Null angenommen. Der Anfangsbereich wird durch die empirisch ermittelte Formel

$$c_{e,A}(t) = \begin{cases} c_{A,mess,alt}(te)(1 - t1.85\gamma_A) & t \in [0, 1.85\gamma_A] \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (6)$$

linear approximiert. γ_A ist dabei der aktuelle Wert der Optimierung. (6) entspricht einer Modellierung des Konzentrationsprofils durch lineare Approximation und anschließender Approximation des Ausflusses durch ein Modell ohne Diffusion.

Die Lösung von (1) mit Rand- und Anfangswerten (6), (5) approximiert $c_A(x, t; \gamma_A, D_{ap,A})$ in der relevanten Säule.

Festlegen des Zeithorizonts

Der Zeithorizont des Gütefunktions (2) wird so gewählt, daß die Desorptionsfront der Substanz A den Extraktabzug innerhalb dieses Zeitraums passiert.

Bestimmung von γ_B und $D_{ap,B}$

Die Betriebsparameter der Anlage müssen so gewählt werden, daß (nach einer Anlaufzeit) die Adsorptionsfront der Substanz B den Raffinatentnahmepunkt RA in jedem Takt passiert (vgl. Abb. 3).

Zur Bestimmung der Parameter γ_B und $D_{ap,B}$ und des Konzentrationsprofils werden die Auslaufkonzentrationen im Extraktabzug des vorangegangenen und des aktuellen Taktes, $c_{B,mess,alt}(t)$ und $c_{B,mess}(t)$, verwendet.

Approximation der Anfangsbedingung

Die Anfangsbedingung $c_{0,B}(x)$ wird unter Verwendung der Einlaufkonzentration der Substanz B in die relevante Säule im vorangegangenen Takt, $c_{B,mess,alt}(t)$, approximiert. Im vorangegangenen Takt ist die relevante Säule die erste Säule von Abschnitt IV. Die Einlaufkonzentration in diese Säule ist meßbar, da sich der Raffinatabzug im vorangegangenen Takt vor der betrachteten Säule befindet (vgl. Abb. 3a).

$$c_{B,mess,alt}(t) = c_{B,mess}(t) \quad (7)$$

Aus grober Kenntnis des ungefähren Profils ist klar, daß die Konzentration der Substanz B in Zone IV zu Beginn eines jeden Taktes sehr gering ist (vgl. Abb. 3a und c). Nennenswerte Konzentrationen finden sich nur im Anfangsbereich der jeweils ersten Säule. Aus diesem Grund wird die Lösung der partiellen Differentialgleichung (1) in der relevanten Säule (vorangegangener Takt) approximiert, indem als Randverteilung zum Zeitpunkt $t = 0$ im wesentlichen die Nulllinie angenommen wird. Der Anfangsbereich wird durch die empirisch ermittelte Formel

$$c_{0,B,alt}(x) = \begin{cases} c_{B,mess,alt}(0)(1 - t5/L) & x \in [0, L/5] \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (8)$$

linear approximiert.

Die Lösung von (1) mit Rand- und Anfangswerten (7), (8) ist $c_{B,alt}(x, t; \gamma_B, D_{ap,B})$. $c_{B,alt}(x, t = te; \gamma_B, D_{ap,B})$ approximiert den Konzentrationsverlauf der Substanz B in Abschnitt IV am Ende des vorangegangenen Taktes. Nach Umtakten ist die relevante Säule die letzte Säule von Abschnitt III (vgl. Abb. 3b). Im aktuellen Takt ist damit das Anfangsprofil näherungsweise durch

$$c_{0,B}(x) = c_{B,alt}(x, t = te; \gamma_B, D_{ap,B}) \quad (9)$$

bestimmt.

Approximation der Randbedingung

Aus praktischen Untersuchungen und ausführlichen numerischen Simulationen ist bekannt (Dünnebier et al., 1998), daß sich in der dritten Zone im Konzentrationsprofil der Substanz B ein Plateau annähernd konstanter Konzentration ausbildet (vgl. Abb. 3b und d). Aus diesem Grund wird die Einlaufkonzentration in die relevante Säule, die nach Umtakten die letzte Säule von Abschnitt III ist, konstant als

$$c_{e,B}(x) = c_{B,alt}(0, t = te; \gamma_B, D_{ap,B}) \quad (10)$$

gewählt.

Zur Approximation von $c_B(x = L, t; \gamma_B, D_{ap,B})$ wird die partielle DG (1) mit Anfangs- und Randwerten (9) und (10) gelöst.

Festlegen des Zeithorizonts

Der Zeithorizont des Gütefunktions (2) wird so gewählt, daß die Adsorptionsfront der Substanz B den Raffinatabzug innerhalb dieses Zeitraums passiert.

Bestimmung der Konzentrationen in den anderen Säulen

Unabhängig von der Parameterschätzung ist nun zusätzlich eine Schätzung der inneren Zustände aller Säulen möglich. Ausgehend von dem bekannten Anfangszustand einer unbeladenen Anlage kann man, unter Benutzung des Prozessmodells, der aufgeprägten Eingangsgrößen und der on-line bestimmten Systemparameter, die internen Konzentrationen in der gesamten Anlage berechnen.

Zusammenfassung

Als Ergebnis liefert das Verfahren mit Hilfe von nur zwei Meßstellen on-line:

1. Die aktuellen, säulenspezifischen Parameter eines zur Automatisierung des Prozesses geeigneten Systemmodells.
2. Die aktuellen Konzentrationen der Produktströme.
3. Das nicht direkt meßbare örtliche Konzentrationsprofil zu Beginn des Taktes im Inneren der Säule, die sich in Fließrichtung des Desorbens vor der jeweiligen Meßstelle befindet (Desorptionsfront A und Adsorptionsfront B).
4. Aus der Kenntnis der säulenspezifischen Parameter und der Stellgrößenhistorie kann das vollständige Konzentrationsprofil im Inneren aller Säulen berechnet werden.

Literaturverzeichnis

- U. Altenhöner, M. Meurer, J. Strube, and H. Schmidt-Traub. Parameter estimation for the simulation of liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, 769:59–69, 1997.
- D. B. Broughton et al. US Pat. 2985589, 1961.
- D. B. Broughton. Sucrose extraction from aqueous solutions featuring simulated moving bed. US Pat. 4404037, 1983.
- C. Cohen, R. Jacob, G. Bureau du Columbier, and G. Hotier. Process for regulating at east one fluid flow circulating in a

simulated moving bed chromatographic separation 100p. US Pat. 5685992, 1997.

G. Dünnebier, S. Engell, K.-U. Klatt, H. Schmidt-Traub, and J. Strube und I. Weirich. Modelling of simulated moving bed chromatographic processes with regard to process control design. Comp. chem. Engng., 22:S855-S858, 1998.

R. E. Holt. Control process for simulated moving adsorbent bed separations. US Pat. 5457260, 1995.

5 R. E. Holt. Control process for simulated moving bed para-xylene separation. US Pat. 5470482, 1995.

G. Hotier. Process for simulated moving bed separation with a constant recycle rate. US Pat. 5762806, 1998.

M. M. Kearney and K. L. Hieb. Time variable simulated moving bed process. US Pat. 5102553, 1992.

P. Marteau, G. Hotier, N. Zanierszylowski, A. Aoufi, and F. Cansell. Advanced control of of C-8 aromatics separation with real time multipoint online raman-spectroscopy. Process Control and Quality, 6: 133-140, 1994.

10 A. Masao and M. Tanimura. Method for controlling a simulated moving bed system. US Pat. 4599115, 1986.

M. Negawa and F. Shojii. Simulated moving bed separation system. US Pat. 5456825, 1995. J. W. Priegnitz. Small scale simulated moving bed separation system. US Pat. 5470464, 1995.

J. F. Rasche. Simulated moving bed chromatographic separation, US Pat. 5122275, 1992. D. E. Rearick, M. Kearney, and D. D. Costesso. Simulated moving bed technology in the sweetener industry. Chemtech, pages 36-40, 1997.

15 K. W. R. Schoenrock. Simulated moving bed apparatus using a single sorbent bed for separating components from a fluid stream. US Pat. 5156736, 1992.

Patentansprüche

20 1. Eine Methode zur on-line Parameterschätzung und Prozeßbeobachtung für SMB (simulierte Gegenstrom-) Chromatographieprozesse, **dadurch gekennzeichnet**, daß mit Hilfe von zwei kontinuierlichen Messungen, jeweils an den Produktentnahmestellen angeordnet, aus den Meßdaten mit Hilfe eines mathematischen Algorithmus die das physikalische Verhalten des Systems bestimmenden Parameter in Echtzeit bestimmt werden.

25 2. Ein Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß aus der Meßinformation und mit Hilfe einer Berechnungsvorschrift die innerhalb der Chromatographiesäulen vorliegenden nicht meßbaren Konzentrationen geschätzt werden.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

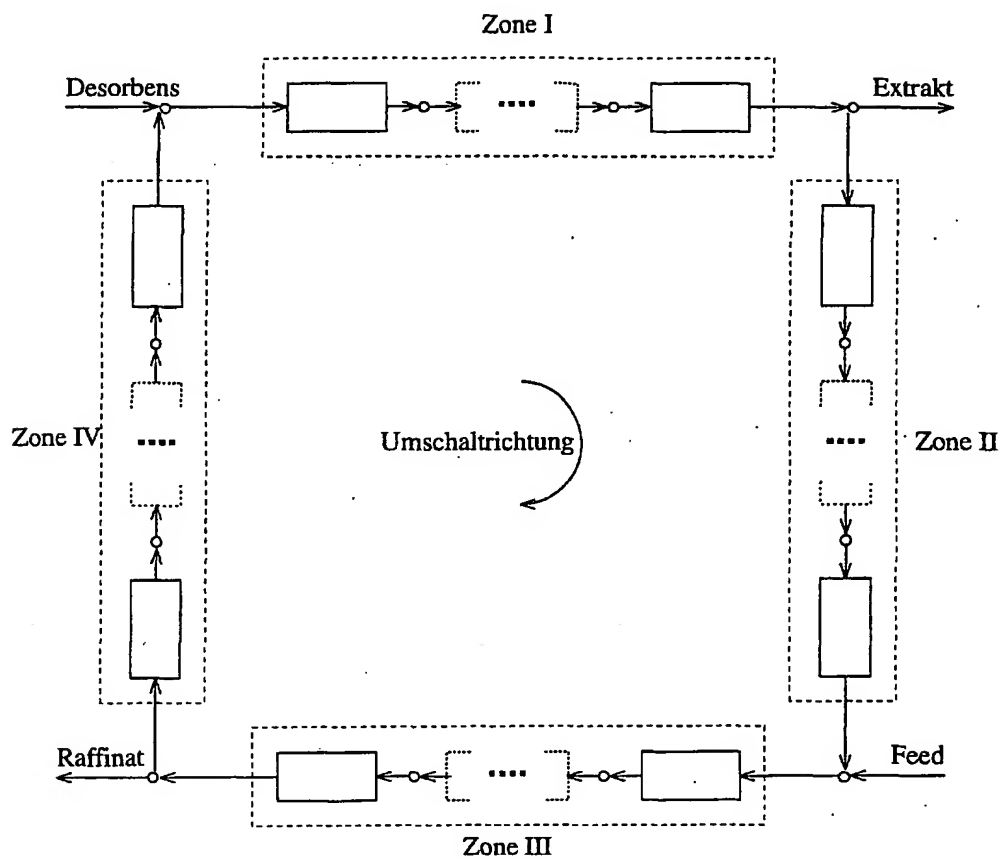
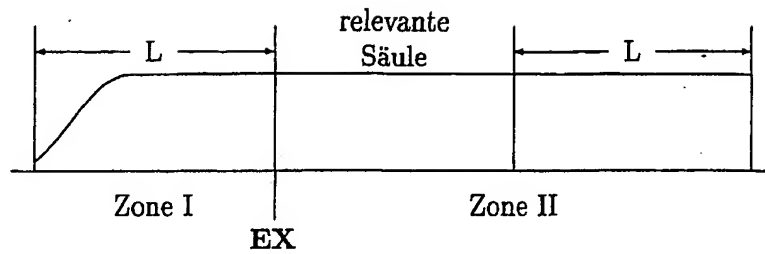
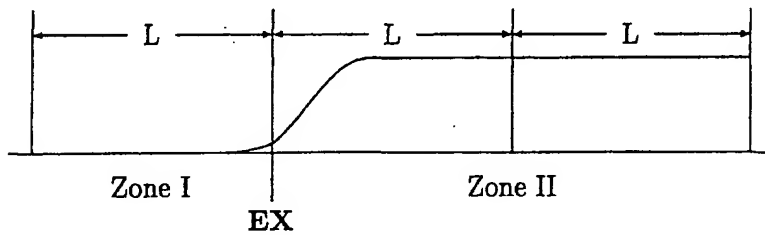


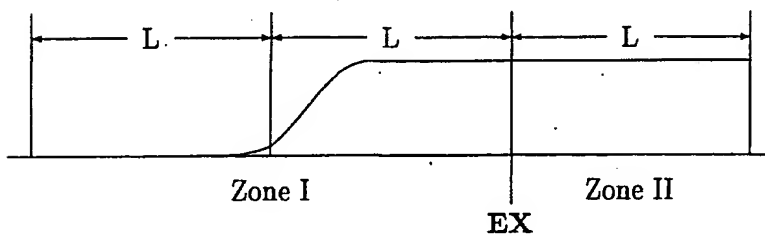
Abbildung 1: Prinzipskizze des SMB-Prozesses



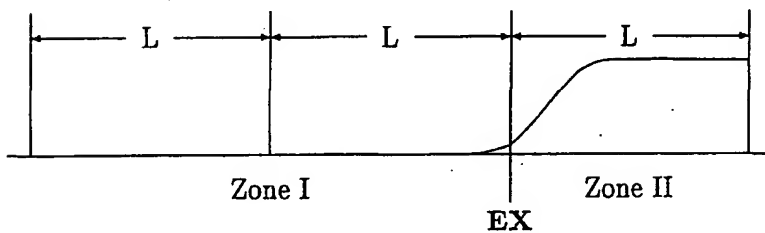
a) Beginn des vorangegangenen Taktes



b) Ende des vorangegangenen Taktes

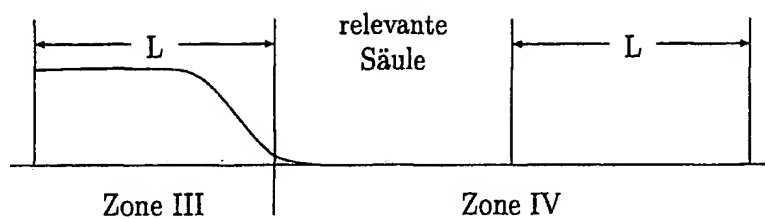


c) Beginn des aktuellen Taktes

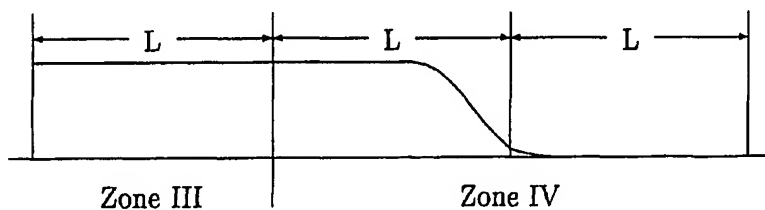


d) Ende des aktuellen Taktes

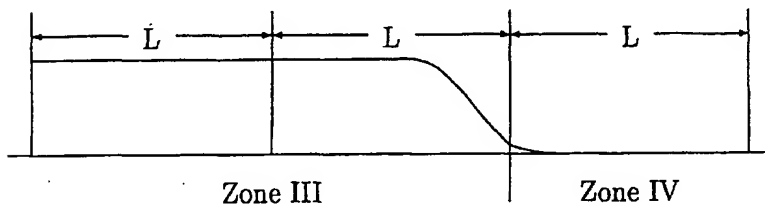
Abbildung 2: Ungefäher Verlauf des nicht meßbaren Konzentrationsprofils von Substanz A im Bereich der Desorptionsfront während zweier aufeinanderfolgender Taktes



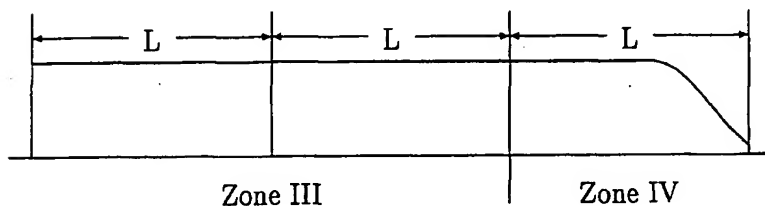
RA
a) Beginn des vorangegangenen Taktes



RA
b) Ende des vorangegangenen Taktes



RA
c) Beginn des aktuellen Taktes



RA
d) Ende des aktuellen Taktes

Abbildung 3: Ungefäher Verlauf des nicht meßbaren Konzentrationsprofils von Substanz B im Bereich der Adsorptionsfront während zweier aufeinanderfolgender Takte